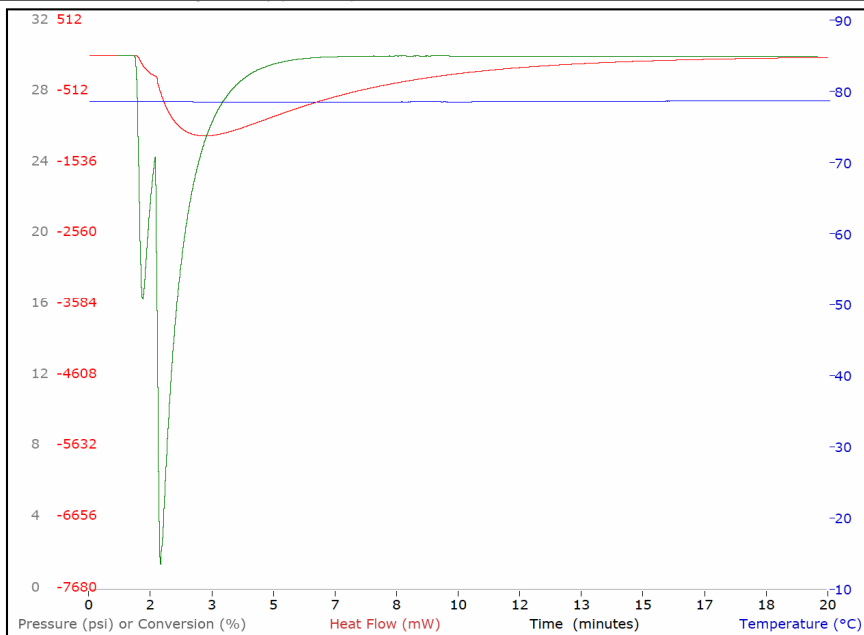
PalMetrics

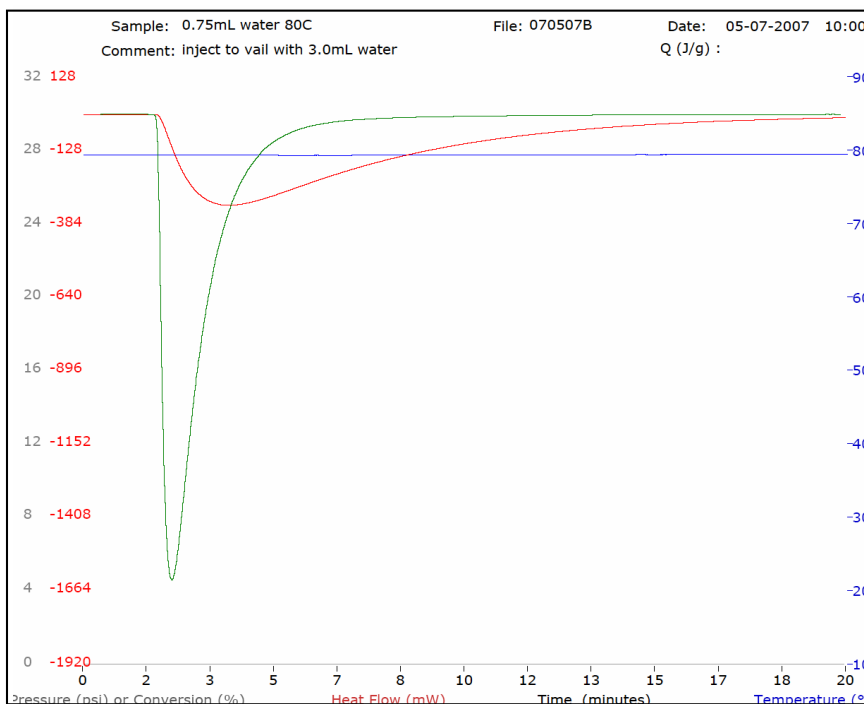
株式会社パルメトリクス　OmniCalテクノロジーのコンサルタント

Website http://www.palmetrics.co.jp e-mail: info@palmetrics.co.jp

Technical Note テクニカルノート No.TN-31/1 7-May. '07

# Title: 280mWを越える大きな吸・発熱ピークに注意！

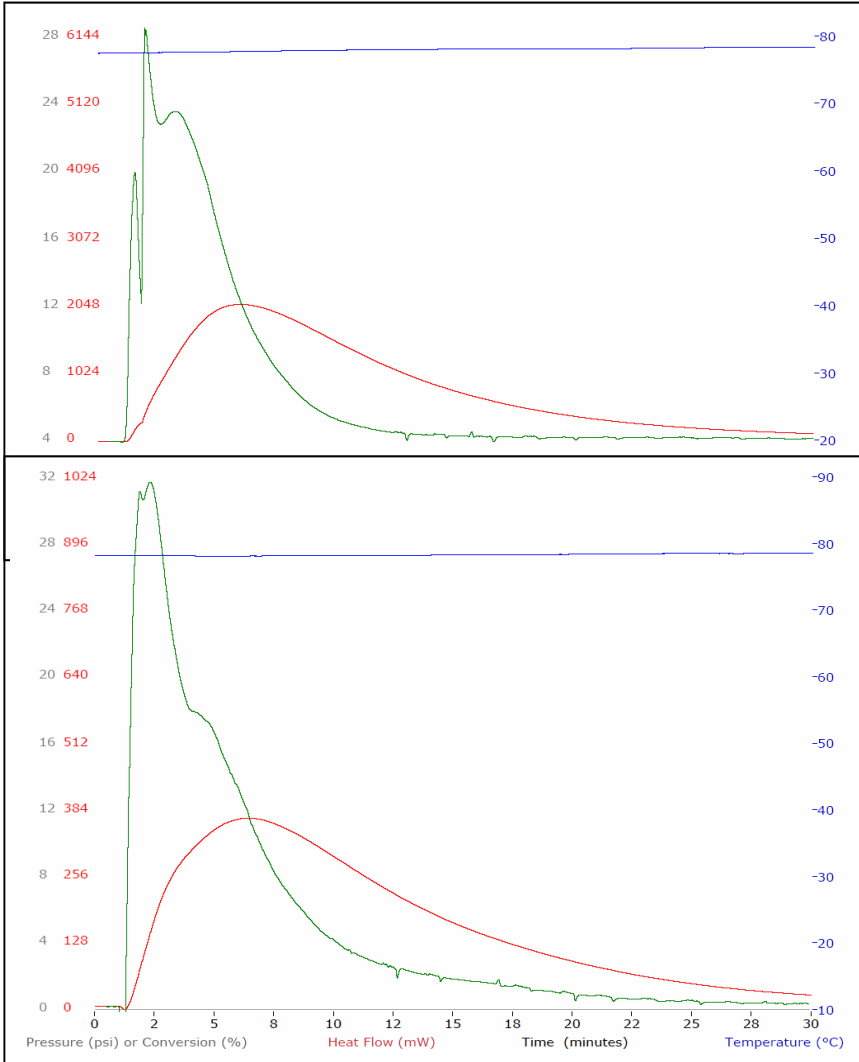
標準型SuperCRCの取扱説明書（MODEL SuperCRC 20-250-2.4）にはヒートフロー・レンジが0～±2Wattsと記載されています。ヒートフローの最小検出限界が±10μW，最大値±2Wですから、5桁以上のダイナミック・レンジを持っていることになります。一方で増幅された熱量信号をアナログからデジタルに変換するDAQカードは14ビットです。 14ビットでは切り替えなしで5桁レンジをカバーすることはできません。
どこかの信号レベルで直流アンプの切り替えをしていることになります。
その切り替えがあるときSuperCRCのデータ上、どのように検出されるかを知っておくことが必要です。

左上のデータは80℃に設定された空バイアルに2．0mL（25℃）の水を注入したときのプロファイルです。 計算上、460Jのパルス信号を投入したことになります。
オリジナル・プロファイル（赤色）は280mW付近でいったん飽和しています。
その後、高レンジに切替わって、信号のプロファイルは正常に戻ります。
時定数補正後のプロファイル（緑色）はピークが2つに分離し、2つの反応があるように見えます。
高レンジから280mW以下の低レンジに戻るときは、切替えによるプロファイルの乱れが認められません。
ヒートフロー信号の変化速度が大きくなければ、280mW付近の切替による影響はありません。

280mWを越えるピークで、その付近にショルダーがあった場合、信号切替の影響と判断する必要があります。

左下のデータは水を3．0mL充填し、80℃に設定されたバイアルに、0．7mL（25℃）の水を注入したときのプロファイルです。 計算上、160Jのパルス信号を投入したことになります。
この場合、系の熱容量が大きくなったこともあり、ヒートフローの変化速度が小さくなっています。オリジナル・ピーク（赤色）は320mWで280mWを越えています。
しかし、時定数補正後のプロファイル（緑）には信号切替の影響は認められません。
このように標準型SuperCRCでは切替によるプロファイルの乱れは通常は検出されません。
その意味においては標準型CRCは大きな信号にもあまり神経を使う必要がなく、使い易いと言えます。

高速型SuperCRCeでは信号のレスポンスが早いだけに標準型SuperCRCよりも切替の影響が大きくなります。 次ページに実例を紹介します。

株式会社パルメトリクス　OmniCalテクノロジーのコンサルタント
Website http://www.palmetrics.co.jp e-mail: info@palmetrics.co.jp

# Technical Note テクニカルノート No.TN-31/1 7-May. '07

## Title: 280mWを越える大きな吸・発熱ピークに注意！

上段のデータは標準型SuperCRCにより、食品加熱用の発熱剤に水を加えたときの水酸化による発熱挙動を測定したものです。

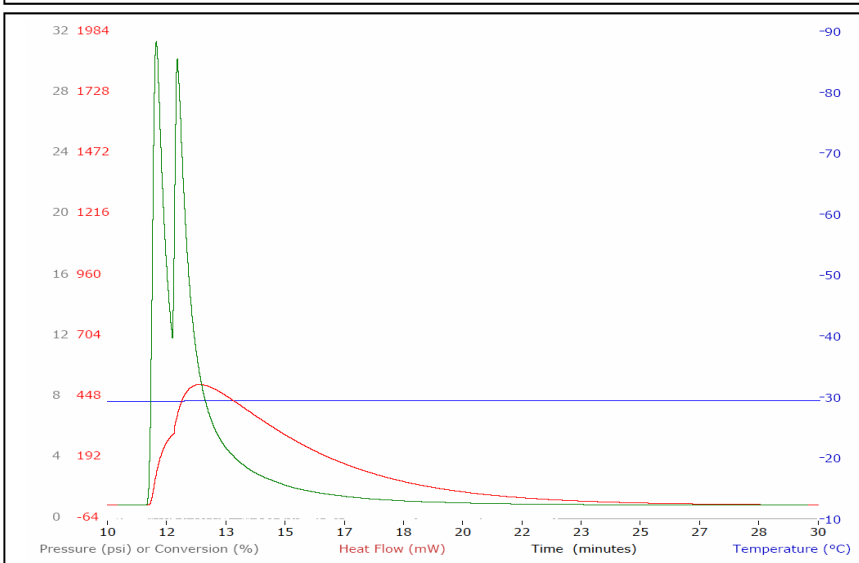
測定温度を78℃に設定し、300mgの発熱剤に水を8．0mL注入した場合の反応熱の挙動です。

生石灰の水和による発熱に続いて、主成分のアルミニューム粉末の水酸化による大きな発熱の2段階の反応となります。

オリジナル・プロファイル（赤色）で最初に発熱が280mWを越えるところで、ショルダーになっています。
時定数補正後のプロファイル（緑色）ではこの部分のピークが2つに割れています。

中段のデータはレンジ切替の影響を小さくするために発熱剤の量を1／5にし、280mW付近の発熱速度を低減させて測定した場合です。
レンジの切替えによるプロファイルの乱れがまだわずかに残っています。

*なおこれらのヒートパックが実用上で使用される①水と発熱剤の比率や②温度環境など反応条件が違うので、実際の反応プロセスは少し異なってきます。*

Pressure (psi) or Conversion (%)　Heat Flow (mW)　Time (minutes)　Temperature (°C)

下段のデータは、SuperCRCe（高速型）を使用した場合の測定例です。

バイアルにナトリウムNaを10．0mg充填し、1mLの水を注入したときのプロファイルです。
水の注入と同時にナトリウムの水酸化が数秒間で終了します。計算上、80J余りのパルス信号を投入したことになります。

高速型CRCではヒートフロー信号の応答が早いだけに、レンジ切替によるプロファイルへの影響は、標準型CRCよりも大きくなります。

時定数補正をしないで、発熱量だけを解析をする場合、レンジ切替に伴うプロファイルへの影響を気にする必要はありません。 吸、発熱速度（反応速度）を解析する場合、280mWを越えないような測定条件を選択することも1つの解決方法です。